TP SMP4 2015 (1ère Partie) :

Indexation d'un diagramme de diffraction de rayons X d'un solide de symétrie cubique

Rappel :

- **Système cubique**
  - ⇨ **Modes de réseaux compatibles avec la symétrie cubique : P, I ou F**
  - ⇨ **Loi de Bragg :** $2d_{(hkl)} \sin(\theta = n\lambda$
  - ⇨ **Relation entre $d_{(hkl)}$ et le paramètre de la maille cubique :**

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{\sqrt{(h^2+k^2+l^2)}}$$

- **Conditions de diffraction**

Mode P	**h, k, l pas de condition**
Mode I	**h + k + l = 2n**
Mode F	**h, k , l de même parité**

I- Recherche des plans diffractants pour chacun des trois modes de réseau de symétrie cubique

Pour chaque mode de réseau cubique (P, I et F), dresser un tableau, conformément au modèle ci-dessous, en classant les plans (hkl) par ordre de distances interéticulaires décroissantes (on se limitera aux 10 premières raies).

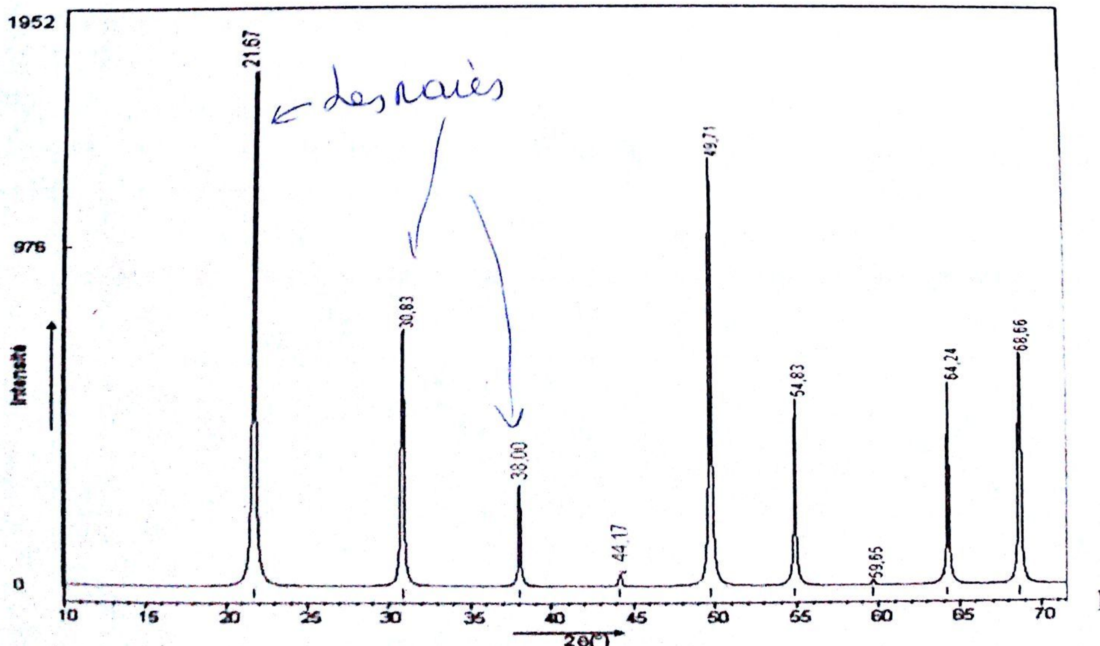
$= \frac{1}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$

N° raies	(hkl)	$(h^2 + k^2 + l^2)$	$d_{(hkl)}/a$	d_i/d_1

II- Manipulation

Le diagramme de diffraction de rayons X du solide SF_4 est représenté sur la figure ci-dessous. Sachant que la maille est cubique et que la longueur d'onde de l'anticathode utilisée vaut **1,54056 Å**,

- Déterminer le type de réseau de Bravais et indexer le diagramme de diffraction de rayons X.
- Calculer le paramètre de maille de cette phase.



TP :

Corrigé 1 page 1

Réseaux cubique : P, I ou F

Loi de Bragg

$$2d_{(hkl)}\sin\theta = n\lambda$$

$n = 1$

$$\left[d_{(hkl)} = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \right]$$

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$$

I - Recherche des plans diffractants :

$(hkl) = ??$

hkl	$h^2+k^2+l^2$
(100) ; (010) ; (001) ...	1
(110) .... (-110) ...	2
(111) (-11-1) ...	3
	7 ⟹ n'existe pas.

II-☆

Corrigé 1 page 2

$\lambda = 1,54056 \, A°$

$$d_i = \frac{\lambda}{2\sin\theta_i} = \frac{a}{\sqrt{h_i^2+k_i^2+l_i^2}}$$

$i = 1 \ldots n$

$d_1 > d_2 > d_3$

h, k et l sont des entiers $\in \mathbb{Z}$ positifs ou négatifs.

d_i est la plus grande lorsque $d_i = a$

$\Rightarrow \sqrt{h^2+k^2+l^2} = 1$, $(hkl) = (100)$

- Pour le mode P : pas de conditions pour les (hkl)

- $$\frac{d_i}{a} = \frac{1}{\sqrt{h_i^2+k_i^2+l_i^2}}$$

$$\frac{d_1}{a} = \frac{1}{\sqrt{h_1^2+k_1^2+l_1^2}} = 1$$

$$\frac{d_1}{a} = 1 \Rightarrow \frac{d_i}{d_1} = \frac{1}{\sqrt{h_i^2+k_i^2+l_i^2}} \Rightarrow$$

$$\boxed{\frac{d_i}{d_1} = \frac{1}{\sqrt{h_i^2+k_i^2+l_i^2}}}$$

- Pour le mode F : mode cubique à faces centrées CFC (mode I)

h k l de m̂ parité.

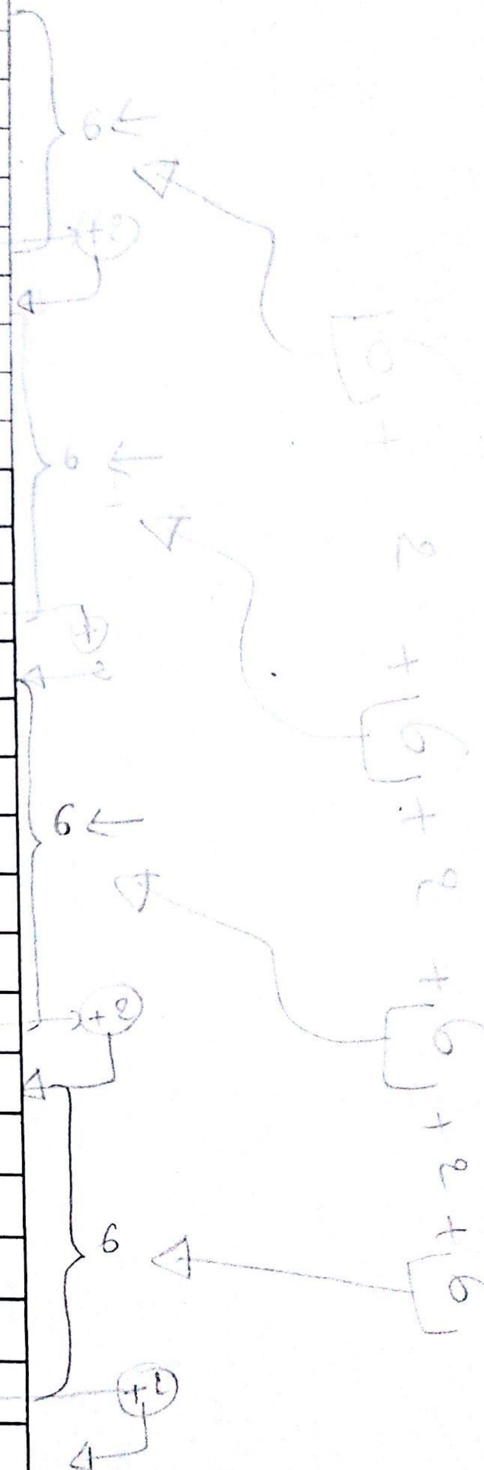


I- Classement des plans (hkl) par ordre de distances interéticulaires décroissantes

Système cubique :

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{\sqrt{(h^2+k^2+l^2)}}$$

h k l	$h^2+k^2+l^2$
100	1
110	2
111	3
200	4
210	5
211	6
220	8
300 ou 221	9
310	10
311	11
2 2 2	12
3 2 0	13
3 2 1	14
4 0 0	16
3 2 2 ou 4 1 0	17
3 3 0 ou 4 1 1	18
3 3 1	19
4 2 0	20
4 2 1	21
3 3 2	22
4 2 2	24
5 0 0 ou 4 3 0	25
5 1 0 ou 4 3 1	26
5 1 1 ou 3 3 3	27
5 2 0 ou 4 3 2	29
5 2 1	30
4 4 0	32
5 2 2	33
5 3 0 ou 3 3 4	34



⇨ Plans diffractants pour chacun des trois modes de réseau de symétrie cubique

C.S **Mode P** → pas condition

N° Raie	h k l	$h^2+k^2+l^2$	$\frac{d_i}{a}$	$\frac{d_i}{d_1}$
1	1 0 0	1	1,00000	1,00000
2	1 1 0	2	0,70711	0,70711
3	1 1 1	3	0,57735	0,57735
4	2 0 0	4	0,50000	0,50000
5	2 1 0	5	0,44721	0,44721
6	2 1 1	6	0,40825	0,40825
7	2 2 0	8	0,35355	0,35355
8	3 0 0 ou 2 21	9	0,33333	0,33333
9	3 1 0	10	0,31623	0,31623
10	3 1 1	11	0,30151	0,30151

← ≠ 0,3780 → P

C.C **Mode I** → h + k + l = 2n

N° Raie	h k l	$h^2+k^2+l^2$	$\frac{d_i}{a}$	$\frac{d_i}{d_1}$
1	110	2	0,70711	1,00000
2	200	4	0,50000	0,70710
3	211	6	0,40825	0,57735
4	220	8	0,35355	0,50000
5	310	10	0,31623	0,44721
6	222	12	0,28868	0,40825
7	321	14	0,26726	0,37796
8	400	16	0,25000	0,35355
9	411 ou 330	18	0,23570	0,33333
10	420	20	0,22361	0,31623

+1

C.F.C **mode F** → h, k, l de imparité → Ou est paire

N° Raie	h k l	$h^2+k^2+l^2$	$\frac{d_i}{a}$	$\frac{d_i}{d_1}$
1	111	3	0,57735	1,00000
2	200	4	0,50000	0,86603
3	220	8	0,35355	0,61237
4	311	11	0,30151	0,52223
5	222	12	0,28868	0,50000
6	400	16	0,25000	0,43301
7	331	19	0,22942	0,39736
8	420	20	0,22361	0,38730
9	422	24	0,20412	0,35355
10	511 ou 333	27	0,19245	0,33333

+1

≠ 0,7072 ⇒ F

La comparaison des rapports d_i/d_1 conduit aux conclusions suivantes :

✓ On peut distinguer **le mode F** des **modes P et I** à partir de $d_2/d_1 = 0{,}86603$.

✓ Pour **les mode P et I**, le rapport d_i/d_1 est le même jusqu'à la 7e raie où :
$d_7/d_1 = 0{,}35355$ pour le mode P et **$d_7/d_1 = 0{,}37796$ pour le mode I**

Corrigé 2
page 3

II- 

$\rightarrow \neq F \Rightarrow F$

N° raie	2θ (°)	θ(°)	sin (θ)	d (Å)	$\frac{d_i}{d_1}$	h k l
1	21,67	10,835	0,18798	4,09775	1,000	110
2	30,83	15,415	0,26581	2,89798	0,7072	200
3	38,00	19,000	0,32557	2,36602	0,5774	211
4	44,17	22,085	0,37598	2,04877	0,500	220
5	49,71	24,855	0,42032	1,83264	0,4472	310
6	54,83	27,415	0,46043	1,67299	0,4083	222
7	59,65	29,825	0,49735	1,54880	0,3780	321
8	64,24	32,120	0,53169	1,44876	0,3536	400
9	68,66	34,330	0,56396	1,36588	0,3333	411 ou 330

$\rightarrow \neq P$

$\rightarrow I \rightarrow h + k + l = 2n$

✓ **Calcul du paramètre a**

$$d_{110} = d_1 = \frac{a}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}} \Rightarrow a = d_1 \sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}$$

$$a = 4,09775 \sqrt{2} = 5,795 \, A°$$